# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

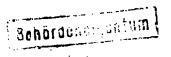
- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.







Offenlegungsschrift 24 37 927 1

Aktenzeichen:

P 24 37 927.9

Anmeldetag:

7. 8.74

**Ø** ➂ Offenlegungstag:

20. 2.75

3

@

Unionspriorität:

**39 39 39** 

10. 8.73 USA 387412

**(3)** Bezeichnung:

Anionisch-stabilisierte Latex-Zusammensetzung

**(1)** 

Anmelder:

The Dow Chemical Co., Midland, Mich. (V.St.A.)

**(3**)

Vertreter:

Hann, M., Dipl.-Chem. Dr.rer. nat., Pat.-Anw., 6300 Gießen

0

Erfinder:

Philp, Dennis Harold, Midland; Delano, Wendell Noble, Freeland;

Mich. (V.St.A.)



Dr. Michael Hann Patentanwalt 63 Giessen Ludwigstrasse 67

H / W (705) 16,821

The Dow Chemical Company, Midland, Michigan, USA

ANIONISCH-STABILISIERTE LATEX-ZUSAMMENSETZUNG

Priorität: 10. August 1973 / USA / Ser.No. 387 412

Diese Erfindung betrifft eine anionisch-stabilisierte - Latex-Zusammensetzung und die Verwendung dieser Zusammensetzung als Rückseite für ein Textilerzeugnis oder einen Teppich.

Der Latex nach der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass er ein quaternisiertes Epihalohydrinpolymeres mit einem Molgewicht von 120 bis 200 000 und einen Quaternärisierungsgrad von 50 bis 100 Mol% enthält.

Das quaternisierte Polymere liegt in der Zusammensetzung in einer ausreichenden Menge vor, um den spezifischen elektrischen Widerstand der Zusammensetzung pro Volumeneinheit nennenswert zu reduzieren.

Aufgrund dieser Stabilisierung zeichnen sich die Latices nach der Erfindung durch eine ausgezeichnete elektrische Leitfähigkeit aus und besitzen darüberhinaus

auch eine gute Lagerbeständigkeit über einen langen Zeitraum, zum Beispiel für mindestens 8 Stunden. Ferner haben sie Brookfield-Viskositäten unterhalb 18 000 cp bei Raumtemperatur unter Verwendung einer Nr. 5 Spindel bei 20 Umdrehungen pro Minute. In dieser Hinsicht unterscheiden sich die neuen Latex-Zusammensetzungen wesentlich von bekannten Latex-Zusammensetzungen, die kationische organische Polymere enthalten. Vorteilhaft ist fermer, dass die elektrischen Latices nach der Erfindung an im wesentlichen allen Textilien gut haften, sich bei dauernder Beanspruchung gut tragen und im wesentlichen geruchsfrei sind. Von besonderem Interesse ist die Verwendung dieser Latices zur Behandlung der Rückseite von Textilien oder Teppichen, zum Beispiel zum Verbinden der Rückseite dieser Materialien mit einer Unterlage (scrim).

Die elektrisch leitenden Latices nach der Erfindung sind ausserdem für das Beschichten und Imprägnieren von Papier, Textilien und anderen Substraten, wie Holz oder Kunststoff, geeignet.

Unter "anionisch stabilisiertem Latex" wird eine anionisch stabilisierte wässrige kolloidale Dispersion
eines festen thermoplastischen organischen Additionspolymeren verstanden, bei der die Polymerteilchen eine negative elektrische Ladung besitzen, die sich dadurch nach-

weisen lässt, dass die Teilchen elektrophoretisch von der Anode einer elektrolytischen Zelle angezogen werden. Es ist dabei unwesentlich, ob diese Ladung von einem polymerisierbaren anionischen Monomeren, einem adsorbierten anionischen Emulgator, einem reaktionsfähigen Katalysator, einer Kombination dieser Ursachen oder aus einer anderen Quelle herrührt. Die Herstellung von anionisch stabilisierten Latices und die dafür verwendeten polymerisierbaren ungesättigten Monomeren, wässrigen Polymerisationsmedien, Katalysatoren, Emulgatoren und Arbeitsweisen sind allgemein bekannt. Zur Erläuterung wird ohne Beschränkung darauf auf das Buch "Polymer Processes" von Calvin E. Schildknecht (1956), insbesondere Kapitel IV "Polymerizations in Emulsion", bearbeitet von H. Leverne Williams verwiesen. In Tabelle II dieser Veröffentlichung sind verschiedene Arten von Monomeren angeführt, die allein zu Homopolymeren oder in Mischung zu Copolymeren polymerisiert werden können. In diesem Buch und auch in anderen verschiedenen Veröffentlichungen sind verschiedene anionische Emulgatoren, Katalysatoren und Katalysatoraktivatoren, Kettenübertragungsmittel und Verfahrensarten angegeben. Ausserdem wird noch bezug genommen auf das Buch von F. A. Bovey et al "Emulsion Polymerization" (1955).

Von besonderem Interesse sind bei der Erfindung Latices von vinylaromatischen Polymeren, wie zum Beispiel von Polymeren von Styrol, substituierten Styrolen, wie ar-Brom- und ar-Chlorstyrol, ≪-Methylstyrol, ar-t-Butyl-

509808/1109

styrol, Vinylnaphthalin und anderen carbocyclischen aromatischen Monovinylidenmonomeren. Der Ausdruck "vinylaromatische Polymere" schliesst Homopolymere und Copolymere mit anderen äthylenisch ungesättigten Monomeren ein, insbesondere Copolymere mit konjugierten Dienen, wie Butadien und Isopren. Von besonderem Interesse sind die Latices aus Styrolbutadiencopolymeren, die bis zu 5 Gew%, bezogen auf das Gewicht des Copolymeren, einer äthylenisch ungesättigten Carbonsäure einpolymerisiert enthalten, wobei als Beispiele für solche Säuren Acrylsäure, Itakonsäure, Maleinsäure und Methacrylsäure genannt seien.

Die quaternären Epihalohydrinpolymeren nach der Erfindung entsprechen bevorzugt der Formel:

$$R_{1} \left\{ \begin{array}{c} 0 \left\{ \text{CH}_{2}\text{CHO}\right)_{\overline{a}} \left( \text{CH}_{2}\right)_{c}\text{CHO} \right\} \\ \text{CH}_{2} \\ \text{R}_{2} \xrightarrow{\text{N-R}_{3}} \\ \text{R}_{4} \end{array} \right\} e$$

in der  $R_1$  Wasserstoff oder der Rest eines organischen Initiators mit aktivem Wasserstoff ist,  $R_2$ ,  $R_3$  und  $R_4$  individuell ein Alkyl mit 1 bis 2 Kohlenstoffatomen und  $(C_nH_{2n}O)_yH$  sind, wobei y 1 ist und n eine ganze Zahl von 1 bis 3 ist,  $R_5$  Wasserstoff, Alkyl, Haloalkyl

oder Aminoalkyl ist, a eine ganze Zahl von 1 bis 2000 ist, b eine ganze Zahl von 0 bis 1000 ist, c eine ganze Zahl von 1 bis 4 ist, d eine ganze Zahl von 1 bis 2000 ist, e eine ganze Zahl von 1 bis 8 ist und X ein Anion, bevorzugt ein Halogen, wie Chlor, Brom und Jod ist.

Besonders bevorzugt ist X Chlor, R<sub>1</sub> Wasserstoff, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> und R<sub>4</sub> Meth yl, R<sub>5</sub> Wasserstoff oder Halomethyl, a 1 bis 20, b 0 bis 10, c 1 bis 2, d 1 bis 5 und e 1 oder 2.

Als spezifische Beispiele für R<sub>1</sub> seien genannt: Wasserstoff und die Reste von aliphatischen einwertigen und mehrwertigen Alkoholen, wie Methanol, Äthanol, 2-Butanol, 1-Octanol, Äthylenglykol, Propylenglykol und 1,3-Butandiol und Glycerin; Alkoholäther, wie Äthylenglykolmonomethyläther; Polyäther mit endständiger Hydroxylgruppe, wie Polyäthylenglykole und Polypropylenglykole; und einwertige und mehrwertige Phenole, wie Phenolresorzin und Hydrochinon. Wenn R<sub>1</sub> der Rest eines Initiators mit aktivem Wasserstoff ist, ist R<sub>1</sub> an

$$\frac{\left\{ (CH_2^{CHO})_{a} \right\} \left\{ (CH_2)_{c,b} \right\} \left\{ d \right\}}{\left\{ R_5 \right\}} d + \left\{ \left\{ (CH_2)_{c,b} \right\} \left\{ (CH_2)_{c,b} \right\} \right\}$$

durch -C-0 gebunden, wobei -C- ein Teil von R<sub>1</sub> ist.

Spezifische Beispiele für  $R_2$ ,  $R_3$  und  $R_4$  sind Methyl, Äthyl und Hydroxyäthyl. Spezifische Beispiele für  $R_5$  sind Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Propyl, Butyl, Halomethyl und Haloäthyl.

Diese quaternären Epihalohydrinpolymeren lassen sich in einfacher Weise durch Umsetzung von Epihalohydrinpolymeren mit einem Trialkylamin oder einem Tri(hydroxyalkyl)amin herstellen. Der Ausdruck Epihalohydrinpolymere umfasst bei der vorliegenden Erfindung sowohl Homopolymere als auch Copolymere von Epihalohydrinen. Diese Polymeren sind bei der Erfindung zu 50 bis 100 Mol% quaternisiert, wobei ein Quaternisierungsgrad von . 80 bis 100 Mol% bevorzugt ist. Eine 100 Mol%ige Substitution der quaternären Addukte bedeutet, dass alle wiederkehrenden Monomereinheiten des Epihalohydrinpolymeren ein quaternäres Addukt besitzen. Durch Untersuchung der teilweise quaternisierten Epihalohydrinpolymeren wurde festgestellt, dass, wenn der Quaternisierungsgrad unterhalb von 50 Mol% liegt, die elektrische Leitfähigkeit des anionisch-stabilisierten Latex nicht ausreichend ist, um den industriellen Anforderungen für einen elektrisch leitenden Latex zu entsprechen.

Zur Herstellung der quaternisierten Epihalohydrinpolymeren mit dem gewünschten Molekulargewicht von 120 bis 200 000, bevorzugt 120 bis 2000, ist es zuerst erforderlich, ein Epihalohydrinpolymeres von geeignetem Mo-

lekulargewicht als Ausgangsstoff zu verwenden. Polyepihalohydrine mit einem Molekulargewicht von 90 bis 160 000,
bevorzugt 90 bis 1600, werden bevorzugt als Ausgangsstoffe
bei dieser Erfindung verwendet. Zur Quaternisierung wird
vorzugsweise Trimethylamin benutzt. Es können jedoch auch
andere Amine, wie Triäthylamin, Methyldiäthylamin, Hydroxyäthyldiäthylamin und Mischungen solcher Amine mit gutem Erfolg
verwendet werden.

Das quaternisierte Epihalohydrinpolymere wird vorzugsweise hergestellt, indem man das Epihalohydrinpolymere in Gegenwart von kleinen Mengen von Wasser mit dem ausgewählten tertiären Amin umsetzt. Die Reaktion wird zweckmässigerweise in einer Stickstoffatmosphäre bei Temperaturen im Bereich von 50 bis 120°C durchgeführt.

Bei vorteilhaften Ausführungsformen der Erfindung wird das quaternisierte Epihalohydrinpolymere dem Latex vorteilhafterweise in Form einer wässrigen Lösung, die 40 bis 60 Gew% des quaternisierten Polymeren enthält, zugegeben. Das quaternisierte Polymere kann zugegeben werden, bevor oder nachdem der Füllstoff, zum Beispiel Kalziumcarbonat, eingebracht worden ist. Das quaternisierte Polymere sollte der Latexformulierung vor der Zugabe von Verdickern beigefügt werden, wobei als Verdicker die üblichen Verdicker für anionisch-stabilisierte Latices verwendet werden, zum Beispiel Natriumpolyacrylat. Während der Zugabe des quaternisierten Polymeren zu der Latex- oder Latex/Füller-Formulierung ist es wünschens-

wert, die Latex- oder Latex/Füller-Formulierung heftig zu rühren. Die Konzentration des quaternisierten Polymeren in der wässrigen Lösung, der Prozentgehalt an Feststoffen des anionisch-stabilisierten Latex und die Konzentration des Füllers sind nicht erfindungswesentlich und können infolgedessen in gleicher Weise schwanken wie bei den üblichen Formulierungen.

Ein Vorteil dieser Erfindung gegenüber den bekannten Verfahren besteht darin, dass das Mischen des quaternisierten Polyepihalohydrins mit dem Latex und dem Füller ohne eine nennenswerte Erhöhung der Viskosität der entstehenden Zusammensetzung möglich ist. Das Mischen dieser Materialien kann in einfacher Weise in üblichen Mischvorrichtungen, zum Beispiel durch Rührer, Pumpen und Homogenisatoren erreicht werden. Die Mischtemperatur ist nicht kritisch und liegt in der Regel bei oder in der Nähe von Raumtemperatur.

Vorteilhafterweise wird das quaternisierte Polyepihylohydrin in dem anionisch-stabilisierten Latex in Mengen
von 2 bis 50 Gewichtsteilen (Trockengewicht) auf einhundert Gewichtsteile (Trockengewicht) des Latexpolymeren kombiniert, wobei 4 bis 13 Gewichtsteile des
quaternisierten Polyepihalohydrins bevorzugt sind. Es
ist dabei aber zu berücksichtigen, dass der Quaternisierungsgrad des Polyepihalohydrins einen Einfluss auf
die bevorzugten Mengen des Polyepihalohydrins hat. So

kann zum Beispiel 100%ig quaternisiertes Polyepichlorhydrin in geringeren Mengen verwendet werden als Polyepichlorhydrin, das nur zu 50 Mol% quaternisiert ist.

In Fällen, bei denen das quaternisierte Epihalohydrinpolymere ein Molekulargewicht von 120 bis 2000 hat, sind keine besonderen Vorsichtsmassnahmen beim Kombinieren des Polymeren mit dem Latex erforderlich. Man erhält dabei ohne weiteres eine Zusammensetzung, die eine Lagerbeständigkeit für einen Zeitraum von mindestens 3 Tagen, bevorzugt mindestens 7 Tagen, hat. In derartigen Fällen kann das Polymere und der Latex in beliebiger Reihenfolge kombiniert werden und die anderen Bestandteile, wie Füllstoffe, können vor oder nach der Kombination des Latex mit dem quaternisierten Epihalohydrinpolymeren zugegeben werden. Wenn das Molekulargewicht des quaternisierten Epihalohydrinpolymeren aber 2000 bis 200 000 beträgt, ist es für die Herstellung einer lagerbeständigen Zusammensetzung vorteilhaft, ein wasserlösliches einwertiges anorganisches Salz, wie ein Alkalihalogenid oder ein Salz einer organischen Säure, wie ein Alkali- oder Ammoniumcarboxylat, zu dem Latex oder zu dem quaternisierten Polymeren vor der Kombination des Latex mit dem quaternisierten Epihalohydrinpolymeren zuzugeben. Ausserdem sollte in solchen Fällen der Füllstoff erst zugegeben werden, nachdem man das Salz in die Zusammensetzung eingebracht hat. Wenn

ein anorganisches oder organisches Salz verwendet wird, so benützt man es in der Regel in Mengen von 0,5 bis 20 Gewichtsteilen (Trockengewicht) auf 100 Teile (Trockengewicht) der Latexpolymerfeststoffe, wobei 0,5 bis 8 Trockengewichtsteile des Salzes bevorzugt sind. Wenn ein Salz verwendet wird, ist es vorteilhaft, dem Latex vor der Kombination mit dem quaternisierten Polymeren relativ kleine Mengen eines nicht ionischen oberflächenaktiven Mittels zuzugeben. Bevorzugt werden derartige oberflächenaktive Mittel in Mengen von 0,1 bis 1 Trokkengewichtsteil auf 100 Trockengewichtsteile der Latexpolymerfeststoffe verwendet.

Geeignete anorganische Salze sind beispielsweise die Alkalihalogenide, wie Natriumchlorid, Kaliumchlorid, Natriumbromid und Kaliumiodid.

Beispiele für geeignete organische Salze sind Ammoniumoxalat, Ammoniumacetat, Natriumacetat und Kaliumacetat.

Geeignete nicht-ionische oberflächenaktive Mittel sind beispielsweise Nonylphenoxypoly(äthylenoxy)äthanol, die Äthylenglykolpolyäther, die Fettsäureester von mehrwertigen Alkoholen und andere ähnliche Mittel, wie sie zum Beispiel in dem Buch von Becher "Emulsions: Theory and Practice", 2nd Ed., Reinhold Publishing Corp., New York, 221 - 225 (1965) aufgeführt sind.

Bei der üblichen Durchführung der vorliegenden Erfindung enthält die bevorzugt zur Beschichtung der Rückseite von Teppichen verwendete Latex-Zusammensetzung in der Regel eine übliche Menge eines Füllstoffes, wie Kalziumcarbonat, Ton, Titandioxid und dergleichen, wobei Kalziumcarbonat unter solchen Füllstoffen bevorzugt ist. Im allgemeinen liegen die Füllstoffmengen im Bereich von 100 bis 450 Trockengewichtsteilen auf 100 Trockengewichtsteile des Latex.

Nach der Zugabe dieser Bestandteile zu der Latexzusammensetzung ist es im allgemeinen wünschenswert, die Viskosität der Zusammensetzung auf einen Wert zu erhöhen, der für die besondere Anwendung geeignet ist. Dazu gibt man in der Regel übliche Verdickungsmittel zu, wie zum Beispiel Natrium- oder Kaliumpolyacrylat, Natriumcarboxymethylcellulose oder Kasein.

Ausser den genannten Salzen, Füllstoffen, Verdickungsmitteln und oberflächenaktiven Mitteln können auch noch
andere Zusatzstoffe mit verwendet werden, die in Latexformulierungen üblich sind, wie zum Beispiel Puffer und
andere Mittel zur Einstellung des pH-Wertes. Vorteilhafterweise werden solche Bestandteile dem Latex vor der
Kombination mit dem quaternisierten Polyepihalohydrin
zugegeben.

Die erhaltenen elektrisch leitenden Latexzusammensetzungen können in einfacher Weise als Schicht auf ein Substrat aufgetragen, ausgehärtet und dann durch übliche Massnahmen getrocknet werden. Bei einer bevorzugten Ausführungsform enthält die elektrisch leitende Latex-Zusammensetzung auf trockener Basis 20 bis 35 Gew% der Latex-Polymerfeststoffe und 62 bis 79 Gew% an Füllstoffen, wie Kalziumcarbonat, 1 bis 3 Gew% quaternisiertes Polyepichlorhydrin und eine ausreichende Menge eines Verdickungsmittels. um die gewünschte Viskosität zu erreichen, die zum Beispiel für die Beschichtung der Rückseite von Teppichen bei 6000 bis 15000 Cp bei Umgebungstemperaturen liegt, wobei zur Messung der Viskosität eine Nr. 5 Spindel bei 20 Umdrehungen pro Minute verwendet wird. Diese Zusammensetzung wird als eine wässrige Dispersion mit einem Gesamtfeststoffgehalt von 50 bis 80 Gew% auf ein faserförmiges Substrat, zum Beispiel ein Teppichmaterial, oder ein anderes Textilmaterial aufgetragen und derartigen Temperaturbedingungen unterworfen, dass der aufgetragene Latex trocknet und aushärtet. Es wurde festgestellt, dass durch eine derartige Behandlung die statische Aufladung eines Substrates, wie eines hydrophoben Textilmaterials, vermieden wird. Als Beispiele von solchen Substraten, die durch eine Behandlung mit den Latexzusammensetzungen nach der Erfindung eine bessere elektrische Leitfähigkeit erhalten, seien hydrophobe natürliche Fasern, wie Wolle und Baumwolle, synthetische Fasern, zum Beispiel aus Polyamiden, Polyestern, Polyolefinen und Polyacrylnitril, genannt. Man kann auch andere Erzeugnisse aus den vorhin genannten synthetischen Polymeren mit den Latices nach der Erfindung behandeln, doch ist die Behandlung von Fasern und Fäden und daraus hergestellten Erzeugnissen von besonderem Interesse.

Die Erfindung wird in den folgenden Beispielen noch näher erläutert, wobei alle Angaben über Teile und Prozentsätze Gewichtsangaben sind, falls nicht ausdrücklich etwas anderes festgestellt wird.

#### Beispiel 1

Eine wässrige Lösung eines Polyepichlorhydrins mit einem Molekulargewicht von etwa 500, das mit Trimethylamin in einem Umfang von 100 Mol% quaternisiert ist, wird zu einem anionisch-stabilisierten Latex gegeben, der als Füllstoff Kalziumcarbonat enthält. Die Formulierung eignet sich zur Beschichtung der Rückseite von Teppichen.

In der nachstehenden Übersicht werden die Bestandteile der Zusammensetzung aufgeführt:

Komponente	Trocken- gewicht	Nass- gewicht
quaternisiertes Polyepichlorhydrin	9,2 g	18,4 g
Latex *	100 g	215 g
Kalziumcarbonat	350 g	350 g
Wasser	<b>-</b> .	76 g

\* Eine anionisch-stabilisierte wässrige Dispersion eines Styrol/Butadiencopolymeren

Diese Formulierung hat eine Brookfield Viskosität von etwa 100 Cp bei Raumtemperatur, gemessen mit einer Nr. 5 Spindel bei 20 Upm. Die Viskosität der Formulierung wird auf 10 000 Cp durch Zugabe von 11 g einer wässrigen Lösung (9,1% aktiv) eines üblichen Natriumpolyacrylatverdickers erhöht.

Diese Zusammensetzung zur Beschichtung der Rückseite von Teppichen wird auf ein Glassubstrat in einer Schichtdicke von 0,5 mm, gemessen als feuchte Schicht, gegossen, bei Umgebungstemperatur getrocknet und bei einer relativen Feuchtigkeit von 20% 16 Stunden konditioniert. Die spezifischen Volumwiderstände der getrockneten Zusammensetzung werden nach ASTM D-257-61 mit 8,6 x 10<sup>10</sup> Ohm cm gemessen im Vergleich zu einem Volumwiderstand

509808/1109

von 3,2 x  $10^{15}$  Ohm cm für einen ähnlichen getrockneten Film aus dem als Ausgangsmaterial verwendeten Latex ohne quaternisiertes Polyepichlorhydrin.

Ein Teil dieser Formulierung für die Beschichtung der Rückseite von Teppichen wird für einen Zeitraum von etwa 14 Tagen bei Raumtemperatur gelagert. Am Ende dieses Zeitraums stellt man fest, dass die Dispergierung noch vollständig ist und keine Koagulatbildung eingetreten ist.

Ein anderer Teil der Formulierung für die Beschichtung der Rückseite von Teppichen wird bei einem Auftrag von etwa 1000 g / m² auf der Rückseite eines Teppichstücks mit den Dimensionen 68 x 91 cm aus Polyamidfasern aufgetragen. Dann wird ein Juterücken mit der Latexbeschichtung verbunden. Die Probe wird für einen Zeitraum von 12 Minuten bei 135°C gehärtet und 72 Stunden bei einer relativen Feuchtigkeit von 20% konditioniert. Die statische Aufladung dieser Teppichprobe liegt bei etwa 1500 Volt, gemessen nach den Bestimmungen der "American Association of Textile Colorists and Chemists".

Im Vergleich dazu liegt die statische Aufladung eines ähnlichen Teppichs, der mit einer ähnlichen Latexformulierung behandelt worden ist, die aber kein quaternisiertes Polymeres enthält, bei etwa 6000 Volt.

### Beispiel 2

Nach der Arbeitsweise von Beispiel 1 wird eine wässrige Lösung eines quaternisierten Polyepichlorhydrins mit einem Molekulargewicht von 2000 und einem Quaternisierungsgrad mit Trimethylamin von 100 Mol% zu einer Latex-Zusammensetzung gegeben, so dass folgende Formulierung entsteht:

Komponente	trocken	feucht
quaternisiertes		
Polyepichlorhydrin	6,8	12,1
Latex *	100	215
Kalziumcarbonat	350	350
Natriumchlorid	1,0	1,0
Nonylphenoxypoly- (äthylenoxy)äthanol	0,5	0,5
Wasser	•	76,3

<sup>\*</sup> Eine anionisch-stabilisierte wässrige Dispersion eines Styrol/Butadiencopolymeren.

Die erhaltene Formulierung hat eine Brookfield-Viskosität von 4900 Cp bei Verwendung einer Spindel Nr. 5 und 20 Upm. Eine 15 g Probe einer wässrigen Lösung (9,1 % aktiv) von Natriumpolyacrylat wird wie in Beispiel 1 dazu verwendet, um die Viskosität dieser Formulierung auf 10 000 bis 12 000 Cp zu erhöhen. Die er-

509808/1109

haltene verdickte Formulierung ist nach einer siebentägigen Lagerung vollständig beständig. Für Vergleichszwecke wird das vorhin genannte quaternisierte Polyepichlorhydrin als 57%ige wässrige Lösung zu der LatexZusammensetzung, die Kalziumcarbonat, Wasser und Natriumpolyacrylat als Verdicker, aber kein Natriumchlorid enthält, hinzugegeben. Die erhaltene Formulierung hat eine
Brookfield-Viskosität von grösser als 20 000 Cp bei
Verwendung einer Spindel Nr. 5 und 20 Upm. Dieser Vergleichslatex koaguliert nach einer Lagerung von einer
Stunde.

Um für Vergleichszwecke die Wirkung verschiedener Konzentrationen von Natriumchlorid in der vorhergehenden Formulierung zu zeigen, werden verschiedene Formulierungen hergestellt, wobei Salzkonzentrationen im Bereich von 0,2 bis 1 Teil Natriumchlorid auf 100 Trokkenteile Latex verwendet werden. Die Viskositäten der erhaltenen Formulierungen werden unter Benutzung einer Nr. 5 Spindel und bei 20 Upm gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle II zusammengestellt.

Tabelle II

Probe Nr.	Natriumchlorid Konzentration Gewichtsteile	Brookfield- Viskosität Cp
1	. 0 2	19 000
2	0,2 0,4	14 000
3	0,6	12 000
4	0,8	8 000
5	509808/1	109 000

Aus dieser Tabelle kann entnommen werden, dass mit steigender Natriumchloridkonzentration die Viskosität sinkt. Man kann infolgedessen durch Auswahl einer bestimmten Salzkonzentration unter Berücksichtigung des Molekulargewichts des Polymeren und des Salztypes die gewünschte Viskosität einstellen. Im allgemeinen ist eine Viskosität von 5000 oder weniger erwünscht, so dass man ausreichende Mengen an Verdickungsmittel zugeben kann, um eine vollständige Stabilität zu erreichen. Die vorstehenden Zusammensetzungen dieses Beispiels haben ähnliche Leitfähigkeitseigenschaften wie diejenigen von Beispiel 1.

## Beispiel 3

Zu einer wässrigen Lösung von Polyepichlorhydrin mit einem Molekulargewicht von etwa 2000 und einem Quaternisierungsgrad mit Trimethylamin von 100 Mol% wird ein anionisch-stabilisierter Latex und Kalziumcarbonat hinzugegeben, so dass eine Formulierung zur Beschichtung der Rückseite von Teppichen mit folgenden Merkmalen entsteht:

Bestandteile	Trocken- gewicht	Nass- gewicht
quaternisiertes Polyepichlorhydrin	n 50 g	87,7 g
Latex *	100 g	213 g
Kalziumcarbonat	350 g	350 g
Wasser	509808/1109	63,6 g

\* Eine anionisch-stabilisierte wässrige Dispersion eines Styrol/Butadiencopolymeren.

Durch Zugabe von Natriumpolyacrylat als Verdickungsmittel wird die Brookfield-Viskosität dieser Formulierung bei Raumtemperatur auf 10 000 Cp erhöht, gemessen mit einer Nr. 5 Spindel bei 20 Upm.

Auch diese Formulierung besitzt eine verbesserte elektrische Leitfähigkeit und kann für einen Zeitraum von mehr als drei Monaten ohne Koagulierung gelagert werden.

#### Patentansprüche:

- 1. Anionisch-stabilisierte Latex-Zusammensetzung, gekennzeich net durch ein quaternisiertes Epihalohydrinpolymeres mit einem Molgewicht von 120 bis 200 000 und einem Quaternisierungsgrad von 50 bis 100 Mol%.
- 2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass das quaternisierte Epihalohydrinpolymere ein mit Trialkylamin quaternisiertes Polyepichlorhydrin ist, bei dem der Alkylrest ein oder zwei Kohlenstoffatome enthält und das quaternisierte Polyepichlorhydrin ein Molgewicht von 120 bis 2000 hat.
- 3. Zusammensetzung nach Anspruch 1, dad urch gekennzeich net, dass das quaternisierte Epihalohydrinpolymere ein Molgewicht von 2000 bis 200 000 hat und die Zusammensetzung 0,5 bis 20 Trockengewichtsteile eines wasserlöslichen Salzes auf 100 Trockengewichtsteile der Latexpolymerfeststoffe enthält.
- 4. Zusammensetzung nach Anspruch 3, d'a durch gekennzeichnet, dass das Salz Natriumchloridist.

- 5. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, da durch gekennzeichnet, dass sie auf Trockenbasis 20 bis 35 Gew% Latexpolymerfeststoffe, 62 bis 79 Gew% Füllstoff, 1 bis 3 Gew% quaternisiertes Polyepihalohydrin und eine ausreichende Menge eines Verdickungsmittels enthält, um eine Brookfield-Viskosität im Bereich von 6000 bis 15000 Cp bei Umgebungstemperatur unter Verwendung einer Spindel Nr. 5 bei 20 Upm zu ergeben.
- 6. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das quaternisierte Epihalohydrinpolymere der Formel

$$R_{1} \xrightarrow{\left\{\begin{array}{c} 0 \\ \text{CH}_{2}\text{CHO}\right\}_{a}} \\ CH_{2} \\ R_{5} \\ R_{2} \xrightarrow{R_{2}-N-R_{3}} \\ R_{4} \xrightarrow{\left\{\begin{array}{c} CH_{2} \\ R_{5} \end{array}\right\}_{c}} \\ R_{2} \xrightarrow{\left\{\begin{array}{c} CH_{2} \\ R_{5} \end{array}\right\}_{c}} \\ R_{3} \xrightarrow{\left\{\begin{array}{c} CH_{2} \\ R_{5} \end{array}\right\}_{c}} \\ R_{4} \xrightarrow{\left\{\begin{array}{c} CH_{2} \\ R_{5} \end{array}\right\}_{c}} \\ R_{5} \xrightarrow{\left\{\begin{array}{c} CH_{2} \\ R_{5} \end{array}$$

entspricht, in der R<sub>1</sub> Wasserstoff oder der Rest eines aliphatischen einwertigen oder mehrwertigen Alkohols, eines Alkoholäthers, eines Polyäthers mit endständiger Hydroxylgruppe oder eines einwertigen oder mehrwertigen Phenols ist; R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> und R<sub>4</sub> einzeln Methyl, Äthyl oder Hydroxyäthyl sind; R<sub>5</sub> Wasserstoff, Alkyl

Haloalkyl oder Aminoalkyl ist; a eine ganze Zahl von 1 bis 2000 ist; b eine ganze Zahl von 0 bis 1000 ist; c eine ganze Zahl von 1 bis 4 ist; d eine ganze Zahl von 1 bis 2000 ist und e eine ganze Zahl von 1 bis 8 ist.

- 7: Zusammensetzung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass  $R_2$ ,  $R_3$  und  $R_4$  jeweils Methyl sind.
- 8. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dad urch gekennzeichnet, dass der Füllstoff Kalziumcarbonat und der Verdicker Natriumpolyacrylat ist.
- 9. Verwendung der Zusammensetzungen nach einem der Ansprüche 1 bis 8 zum Beschichten der Rückseite von Textilerzeugnissen oder Teppichen.

\_\_\_\_\_\_

509808/1109